PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

03-060420

(43)Date of publication of application : 15.03.1991

(51)Int.Cl.

CO1B 33/141 BO1J 13/00 CO4B 14/06 CO9K 3/14 D21H 19/38 // DO6M 11/00 DO6M 11/79 DO6M 13/184 DO6M 13/325

(21)Application number: 02-068568

(71)Applicant: CABOT CORP

(22)Date of filing:

20.03.1990

(72)Inventor: MILLER DENNIS G

MOLL WILLIAM F

(30)Priority

Priority number : 89 326890

Priority date : 21.03.1989

Priority country: US

(54) AQUEOUS COLLOIDAL DISPERSION OF FUMED SILICA

(57) Abstract:

PURPOSE: To improve stability by dispersing specific amts. of fumed SiO2 an acid and a stabilizer into water.

CONSTITUTION: The water is charged into a high shearing mixer. The acid selected from hydrochloric acid, sulfuric acid or acetic acid, etc., is then added thereto at about 0.0025 to 0.50 wt.% on the basis of the weight of the fumed SiO2 to be added. While the mixer is kept operating, the fumed SiO2, having a surface area below about 75m2/g is added thereto in the amt. to attain a concn. of about 60 wt.%, by which the first dispersion is formed. The additional water is thereafter added thereto to dilute the dispersion and to prepare the aq. colloidal dispersion of the concn. of at least about 40 wt.%, following which the stabilizer like alkali, such as NH4OH, or amine, such as triethyl amine, is added to the dispersion and the pH of the final dispersion is adjusted to about 7 to 12. The aq. colloidal dispersion of the fumed SiO2 is thus obtd.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

(19)日本国特許庁 (JP)

(51) Int.Cl.⁶

C01B 33/141

(12) 特 許 公 報 (B 2)

FΙ

C01B 33/141

(11)特許番号

第2949633号

(45)発行日 平成11年(1999) 9月20日

識別記号

(24)登録日 平成11年(1999)7月9日

(21)出願番号 特願平2-68568 (73)特許権者 999999999 カボット コーポレイション アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02254 - 9073、ウォルサム、ピー、オー (65)公開番号 特開平3-60420 ポックス 9073、ウォルサム、ピー、オー ポックス 9073、ウィンター ストリー ト 950 審査請求日 平成9年(1997)3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先相主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ、モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、クリスタル レイク、ブラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	B 0 1 J 13/00		B 0 1 J 13/00 B
13/325 D 2 1 H 1/22 B 請求項の数21(全 5 頁) 最終頁に統令 (73)特許権者 999999999	C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14 5 5 0 D
(21)出願番号 特願平2-68568 (73)特許権者 999999999 カボット コーポレイション アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02254 - 9073、ウォルサム、ピー、オー (65)公開番号 特開平3-60420 ポックス 9073、ウインター ストリー (43)公開日 平成3年(1991) 3月15日 平成9年(1997) 3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年3月21日 (72)発明者 デニス ジー、エフ・モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、ク リスタル レイク、ブラマー サーク川 7222 (74)代理人 弁理土 育木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	// D06M 11/79		D 0 6 M 13/325
(21)出願番号 特願平2-68568 (73)特許権者 999999999 カボット コーポレイション アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02254 - 9073、ウォルサム、ピー、オー (65)公開番号 特別平3-60420 ポックス 9073、ウォルサム、ピー、オー ボックス 9073、ウィンター ストリー ト 950 審査請求日 平成9年(1997)3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年3月21日 (72)発明者 ウイリアム エフ、モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、クリスタル レイク、ブラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	13/325		D 2 1 H 1/22 B
(22)出願日 平成2年(1990)3月20日 アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02254 - 9073、ウォルサム、ピー、オー (65)公開番号 特開平3-60420 ポックス 9073、ウィンター ストリー (43)公開日 平成3年(1991)3月15日 ト 950 ドニス ジー、ミラー (31)優先権主張番号 3 2 6 8 9 0 アメリカ合衆国、イリノイ 61801、アーパナ、イーグル リッジ 1706 (33)優先権主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ、モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、クリスタル レイク、プラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝			請求項の数21(全 5 頁) 最終頁に続く
(22)出顧日 平成2年(1990) 3月20日 アメリカ合衆国、マサチューセッツ 02254 - 9073、ウォルサム、ピー、オー ボックス 9073、ウインター ストリー ネー ボックス 9073、ウインター ストリー ト 950 客査請求日 平成9年(1997) 3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年3月21日 (72)発明者 ウイリアム エフ、モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、ク リスタル レイク、ブラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	(21)出願番号	特願平2-68568	(73)特許権者 999999999
(65)公開番号 特開平3-60420 ポックス 9073, ウォルサム, ピー、オーポックス 9073, ウォルサム, ピー、オーポックス 9073, ウィンター ストリート 950 審査請求日 平成9年(1997) 3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラーアメリカ合衆国、イリノイ 61801, アーパナ、イーグル リッジ 1706 (33)優先権主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ、モルアメリカ合衆国、イリノイ 60014, クリスタル レイク、プラマー サークル7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝			カポット コーポレイション
(65)公開番号 特開平3-60420 ポックス 9073, ウインター ストリー (43)公開日 平成3年(1991) 3月15日	(22)出顧日	平成2年(1990)3月20日	アメリカ合衆国,マサチューセッツ
(43)公開日 平成3年(1991)3月15日 ト 950 審査請求日 平成9年(1997)3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年3月21日 (72)発明者 ウイリアム エフ、モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、ク リスタル レイク、プラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝			02254 - 9073, ウォルサム, ピー. オー.
審査請求日 平成9年(1997) 3月21日 (72)発明者 デニス ジー、ミラー アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年3月21日 (72)発明者 ウイリアム エフ・モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、ク リスタル レイク、ブラマー サークル 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	(65)公開番号	特開平3-60420	ポックス 9073, ウインター ストリー
(31)優先権主張番号 3 2 6 8 9 0 アメリカ合衆国、イリノイ 61801、ア (32)優先日 1989年 3 月21日 ーパナ、イーグル リッジ 1706 (33)優先権主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ. モルアメリカ合衆国、イリノイ 60014、クリスタル レイク、ブラマー サーク川7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外 3 名) 審査官 関 美祝	(43)公開日	平成3年(1991)3月15日	F 950
(32)優先日 1989年3月21日 ーパナ、イーグル リッジ 1706 (33)優先権主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ・モル アメリカ合衆国、イリノイ 60014、ク リスタル レイク、プラマー サーク川 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	審査請求日	平成9年(1997)3月21日	(72)発明者 デニス ジー、ミラー
(33)優先権主張国 米国(US) (72)発明者 ウイリアム エフ、モルアメリカ合衆国、イリノイ 60014、クリスタル レイク、プラマー サークル7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	(31)優先権主張番号	3 2 6 8 9 0	アメリカ合衆国, イリノイ 61801, ア
アメリカ合衆国, イリノイ 60014, ク リスタル レイク, プラマー サーク川 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	(32)優先日	1989年 3 月21日	ーパナ,イーグル リッジ 1706
リスタル レイク, プラマー サーク川 7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝	(33)優先権主張国	米国 (US)	(72)発明者 ウイリアム エフ. モル
7222 (74)代理人 弁理士 青木 朗 (外 3 名) 審査官 関 美祝			アメリカ合衆国, イリノイ 60014, ク
(74)代理人 弁理士 青木 朗 (外3名) 審査官 関 美祝			リスタル レイク, プラマー サークル 7999
			<u> </u>
最終頁に続く			審査官 関 美祝
			最終頁に続く

10

(54) 【発明の名称】 ヒュームドシリカの水性コロイド分散液

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 固形物を多く含むヒュームドシリカ水性コロイド分散液の製造方法であって、

前記水性コロイド分散液の連続する水相の少なくとも一部分を規定する水の量を準備し:

前記コロイド分散液の不連続相を形成するように、ヒュームドシリカの濃度を少なくとも40重量%に予め選定し;

前記予め選定した濃度を達成するために必要なヒュームドシリカの重量基準で0.0025~0.5重量%に対応する量の鉱酸または有機酸を前記水の量に混合して、予め酸性とし、

前記予め選定した濃度を達成するために少なくとも十分な量で、かつ酸性のヒュームドシリカ水性分散液を生成するために十分に高い剪断性の混合条件で、前記予め酸

2

性とした水の量にヒュームドシリカを分散させ;

この酸性のヒュームドシリカ水性コロイド分散液に、そのpHを7.0~12.0に上昇させるために十分な量のpH安定剤を混合し;かつ

生成した安定なヒュームドシリカ水性コロイド分散液を 捕集して生成物とし;

この分散液が少なくとも1日間はゲル化せず、1000c.p. 未満の粘度を有し、かつ非膨潤性であることを特徴とするヒュームドシリカ水性コロイド分散液の製造方法。

【請求項2】ヒュームドシリカが40~65重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項3】ヒュームドシリカが40重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項4】ヒュームドシリカが45重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

30

3

【請求項5】ヒュームドシリカが50重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

B

【請求項6】ヒュームドシリカが55重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項7】ヒュームドシリカが60重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項8】ヒュームドシリカが65重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項9】酸が鉱酸及び有機酸からなる群から選ばれる、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項10】酸が塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、酢酸及びマレイン酸からなる群から選ばれる、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項11】酸が塩酸である、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項12】酸がヒュームドシリカの重量基準で0.02 ~0.15重量%の量で存在する、請求項1記載のコロイド 分散液の製造方法。

【請求項13】安定剤がアルカリ及びアミンからなる群から選ばれる、請求項1記載のコロイド分散液の製造方 20 法。

【請求項14】安定剤が水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウム、トリエチルアミン、及びジメチルエタノールアミンからなる群から選ばれる、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項15】安定剤が水酸化アンモニウムである、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項16】安定剤が水酸化アンモニウムである、請求項11記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項17】分散液のpHを7.5~11に上昇させる量の 安定剤を加える、請求項1記載のコロイド分散液の製造 方法。

【請求項18】ヒュームドシリカが75m²/g未満の比表面 積を有する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方 *

 $SiC\ell_4 + 2H_z + O_z$

この方法に於いて、シリカのサブミクロンの大きさの溶融球体が生成される。これらの粒子は、衝突し融合して、長さ0.1~0.5ミクロンの三次元の分枝した鎖状の疑 40集物を形成する。冷却が非常に早く起こり、粒子の成長を制限し、ヒュームドシリカが無定形であることを確実にする。これらの凝集物は、順に0.5~44ミクロン(325米国メッシュ)の大きさの範囲の凝集物を形成する。ヒュームドシリカは、一般に非常に高い純度を有し、全不純物が多くの場合100ppm(一万分の一)未満である。この高純度が、ヒュームドシリカ水性分散液を多くの用途に特に有利にする。

多くの用途に関するその他の考慮事項は、グリット しかもコロイド分散液はコロイド分散液が所望のフィル (微細粒子)が不純物の主な源であることから、グリッ 50 ターを通過させるために非膨潤性である必要がある。本

* 法。

【請求項19】ヒュームドシリカが10~75m²/gの比表面積を有する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項20】ヒュームドシリカが50m²/gの比表面積を有する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項21】前記分散工程において、予め酸性にした水の量に分散させたヒュームドシリカの量を、最終分散生成物の前記予め選定したシリカ濃度より少なくとも5 10 %多くし;かつ

前記分散工程の後で、かつ前記安定化工程の前において、前記酸性コロイド分散液に十分な追加量の水を混合して、前記予め選定したシリカ濃度に希釈した生成物、である、請求項1記載のコロイドシリカ分散液の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[発明の産業上の利用分野]

本発明は、ヒュームドシリカ (fumed silica)、酸及 び安定剤の水性コロイド分散液の製造方法が開示され る。

[従来の技術及び発明が解決しようとする課題]

極めて小さい粒径のヒュームドシリカには多くの用途があり、ここで水性コロイド分散液の形態でヒュームドシリカを適用することが都合がよい。このような用途は滑り止め床ワックス、発泡ゴムラテックス、紙被覆物、光学繊維及び石英ガラス器の製造のためのゾルーゲルプロセス、並びに断熱材を含む。また、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が、摩擦性付与(frictionizing)及び研摩に利用される。また、ヒュームドシリカを水と組合せて水性コロイド分散液を生成することにより、貯蔵または輸送のためヒュームドシリカを稠密にすることが都合がよい場合が多くある。

ヒュームドシリカは、一般に水素-酸素炎中で四塩化ケイ素の如きクロロシランの気相加水分解により製造される。全反応は、次式で表わされる。

SiOz + 4 HC &

トをヒュームドシリカの水性分散液から除去することである。また、グリットは分散液の多くの適用を妨害することがある。例えば、ラテックスゴムの凝固に際し、グリットはゴムの構造中の欠陥の形成をもたらし、そもといる。こうして、水性分散液は引きである。こうして、水性分散液がある。こうして、水性分散液があるために望ましい。純度を上げるための一つの方法は、グリット及びその他の不純物を除去するために水性コロイド分散液をフィルターに通すこと(濾過ともるためには、コロイド分散液の粘度は充分低い必要がある、水性コロイド分散液が低い必要がある。水性コロイド分散液の粘度は充分低いがあり、しかもコロイド分散液はコロイド分散液がある、水性コロイド分散液があるがに非影響性である必要がある。水性コロイド分散液はコロイド分散液がある必要がある。水性コロイド分散液はコロイド分散液がある。水性コロイド分散液はコロイド分散液がある必に非影響性である必要がある。水性コロイド分散液はコロイド分散液がある。水性コロイド分散液がある必定非影響性である必要がある。

5

発明の目的のため、非膨潤性分散液は、1000ミクロン以下の孔径を有するフィルターを通過する分散液である。

上記の如く、フィルターを通過する分散液の能力は、また分散液の粘度に関係する。フィルターが微細である程、即ちフィルターの孔径が小さい程、フィルターを通過するためには、水性コロイド分散液の粘度は低いことが必要である。当業者に理解されるように、純度を上げるためには、コロイド分散液は、出来るだけ微細なフィルターを通されるべきである。こうして、低粘度を有する水性コロイド分散液を製造することが、一般に有利で10ある。本発明の目的には、低粘度は約1000センチポイズ未満の粘度である。

また、上記の用途及びその他の潜在的な用途に有益であるためには、水性コロイド分散液は固体にゲル化してはならない。ゲル化に抵抗する水性コロイド分散液の能力は、一般に水性コロイド分散液の安定性と称される。一層安定な水性コロイド分散液は、一層安定でない水性コロイド分散液程早くにはゲル化しない。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液であって、水中に分散された、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ、ヒュームドシリカの重量基準で約0.0025重量%~約0.50重量%の量の酸、分散液のpHを約7~約12に上げるのに充分な安定剤を含んでなる、上記の水性コロイド分散液である。

また、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液、特に少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する水性コロイド分散液が、開示される。本発明によれば、ヒュームドシリカの安定な非膨潤性の低粘度の濾過可能な水性コロイド分散液は、第一分散液の重量基準のヒュームドシリカ濃度が最終分散液中に所望されるシリカの量を越えるような量で、ヒュームドシリカをミキサー中で酸ー水溶液中に分散し、ミキサー中の第一分散液を、得られる最終分散液が所望の濃度のヒュームドシリカを含むように、追加量の水で希釈し、ついで安定剤を添加してヒュームドシリカ、酸及び安定剤の最終水性コロイド分散液のpHを約7~約12、好ましくは約7.5~約11に調節することにより製造される。この得られる最終分散液は、必要により濾過されてグリット及び凝集物を除去してもよい。

ヒュームドシリカは、水単独中よりも早く水一酸溶液中に湿潤し混合する。また、分散液は安定剤の添加により酸性pHからアルカリ性pHに調節されるので、酸の添加はミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液の粘度を低下する。低下された粘度は、分散液のpHが安定剤により上げられるので、分散液がゲル化することを防止することを助ける。

ヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するため、本発明の方法は、如何なる比表面積を有するヒュームドシリカを用いても利用し得る。しかしながら、本発 50

)

明に従って少なくとも40重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するためには、好ましくは約 $75m^2/g$ 以下、更に好ましくは約 $10m^2/g$ ~約 $75m^2/g$ 、最も好ましくは約 $35m^2/g$ ~約 $60m^2/g$ の比表面積を有するヒュームドシリカが使用される

本発明の方法の利点は、ヒュームドシリカ、酸及び安 定剤を含む得られる水性コロイド分散液が安定であり、 しかも非膨潤性であることである。本発明の目的のた め、"安定な"という用語は、分散液が少なくとも1日 の期間でゲル化しないことを意味する。典型的には、本 発明の方法に従って製造されたヒュームドシリカの水性 コロイト分散液は、少なくとも1週間、好ましくは数週 間、更に好ましくは数ヶ月~数年の期間にわたって安定 である。先に説明したように、本発明の目的のために、 "非膨潤性"という用語は、1000ミクロン以下の孔径の フィルターをゲル化しないで通過する分散液の能力を表 わす。典型的には、本発明の方法に従って製造されたヒ ュームドシリカの水性コロイド分散液は、250ミクロン 以下の孔径のフィルター、好ましくは25ミクロン以下の 孔径のフィルター、更に好ましくは10ミクロン以下の孔 径のフィルターを通過する。典型的には、本発明の方法 に従って製造されたヒュームドシリカの水性コロイド分 散液の"低粘度"は、約1000センチポイズ未満、好まし くは約250センチポイズ未満である。

本発明の別の利点は、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液が数ヶ月~数年の期間にわたって安定であり、低粘度を有し、しかも非膨潤性であることである。低粘度及び非膨潤性性は、水性コロイド分散液が微細なフィルター通過することを可能にする。

本発明の更に別の利点は、以下の本発明の更に詳細な説明から明らかになる。

〔発明の詳細な説明〕

40

本発明によれば、ミキサーは、一般に約50%までの量の水、好ましくは脱イオンされた水が仕込まれ、酸が水に添加される。使用されるミキサーは、当業界に一般に知られる高剪断ミキサーのような、分散液を生成し得る高剪断ミキサーであることが好ましい。酸は塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、酢酸またはマレイン酸の如き、鉱酸または有機酸であってもよい。水に添加される酸の量は、水に添加されて最終水性コロイド分散液を生成するヒュームドシリカの量を基準とする。一般に、水に添加される酸の量は、水に添加されるヒュームドシリカの重量基準で約0.0025重量%~約0.50重量%、好ましくは約0.02重量%~約0.15重量%の量である。水への酸の添加後、ミキサーが運転されて酸及び水を混合して水一酸溶液を生成し得る。

ミキサー中に初期に仕込まれる水の比率 (%) は、明らかに変化し得る。しかしながら、以下の説明から明ら

6

かなように、ヒュームドシリカ及び追加の水を添加する 余地が、ミキサー中に残されるべきである。選ばれる水 の初期の量は、通常、添加されるヒュームドシリカの量 及び水性コロイド分散液中のヒュームドシリカの所望の 最終濃度を基準とする。後えば、ヒュームドシリカの水 性コロイド分散液の所望の最終濃度が約50重量%のヒュ ームドシリカであり、ヒュームドシリカ100ポンド(45. 4kg) がミキサーに添加される場合、水の初期の量は、 ミキサー中に50重量%より大きいヒュームドシリカの濃 度を生じる量である。典型的には、本発明の方法では、 希釈前のミキサー中の分散液は、ヒュームドシリカの水 性コロイド分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃 度よりも少なくとも約5%大きいヒュームドシリカ濃度 を有する。その後、ミキサー中の水性コロイド分散液 は、追加量の水の添加により希釈されて、分散液中のヒ ュームドシリカの所望の最終濃度約50重量%を得る。

ミキサーに水が仕込まれ、酸が水に添加された後、ヒ ュームドシリカがミキサー中の水一酸溶液に添加され る。ヒュームドシリカは、ミキサーが運転している間 に、ヒュームドシリカを水一酸混合物中に混合すること により添加されてもよく、あるいはヒュームドシリカを 水ー酸混合物に添加し、ついでミキサーを運転すること により添加されてもよい。また、ヒュームドシリカは、 ミキサーが各工程間で運転している一連の工程に於い て、漸増的に添加されてもよい。

前記の如く、本発明の方法は、如何なる比表面積を有 するヒュームドシリカを用いても利用し得る。少なくと も約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュー ムドシリカの水性コロイド分散液を製造するためには、 約75m²/g未満の比表面積を有するヒュームドシリカが使 用されることが好ましい。約10m^{*}/g~約75m^{*}/gの比表面 積を有するヒュームドシリカが使用されることが更に好 ましく、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度 を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を生成 するためには、約35m'/g~約60m'/gの比表面積を有する ヒュームドシリカが使用されることが最も好ましい。

ミキサーへのヒュームドシリカの添加または夫々の添 加の直接の効果は、ミキサー中のヒュームドシリカの水 性コロイド分散液を増粘することである。しかしなが ら、ミキサーが運転し続けると、ミキサー中のヒューム 40 ドシリカの水性分散液は低粘度になる。

ミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液 中のヒュームドシリカの濃度(重量基準)がヒュームド シリカの所望の最終濃度(重量基準)より高い点まで上 昇された後、ミキサー中の分散液が低粘度になるまでミ キサーが運転される。先に説明したように、希釈前のミ キサー中の分散液は、ヒュームドシリカの水性コロイド 分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃度より少な くとも約5%大きいヒュームドシリカ濃度を有する。つ いで、追加量の水がミキサーに添加されてミキサー中の 50

分散液を希釈する。この追加の水は脱イオンされている ことが好ましい。ついで、追加の水が、ミキサーを運転 することにより、ミキサー中の水性コロイド分散液に混 合される。添加される水の量は、分散液に添加される安 定剤を考慮して、ミキサー中のヒュームドシリカの水性 コロイド分散液のヒュームドシリカの濃度 (重量基準) を所望の最終濃度に低下する量である。

追加の水が添加された後、アルカリまたはアミンの如 き安定剤が、最終分散液のpHを約7~約12、好ましくは 約7.5~約11に調節する量でヒュームドシリカの水性コ ロイド分散液に添加される。最終分散液に選ばれる特別 なpHは、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が設計 される用途に依存する。好適な安定剤は、水酸化ナトリ ウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモ ニウム、トリエチルアミン、及びジメチルエタノールア ミンの如き、アルカリまたはアミンを含むが、これらに 限定されない。

安定剤の添加後、ヒュームドシリカの水性コロイド分 散液が、ミキサーから取り出され、当業界で一般に知ら れている方法のいずれかで、貯蔵され、または輸送のた めに包装し得る。また、所望により、ヒュームドシリカ の水性コロイド分散液が、フィルターに通されグリット 及び凝集したヒュームドシリカ粒子を除去してもよい。

本発明の方法は、あらゆるヒュームドシリカ濃度の、 ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の安定な非膨潤性の低 粘度の高純度の濾過可能な水性コロイド分散液の製造を 可能にする。少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ 濃度、更に好ましくは約40重量%~約65重量%のヒュー ムドシリカ濃度を有する水性コロイド分散液が調製し得 ることは、特に注目に値する。ヒュームドシリカ、酸及 び安定剤を含む得られる水性コロイド分散液は、非膨潤 性であり、低粘度を有し、しかも数ヶ月~1年以上の期 間にわたって安定である。

本発明の有効性及び利点は、以下の実施例により更に 説明される。以下の実施例は、夫々約40重量%及び約65 重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシ リカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液の製造を説明 する。しかしながら、これらの実施例に使用されるヒュ ームドシリカ、酸、安定剤、及び水の量は、45重量%、 50重量%、55重量%、及び60重量%のような異なるヒュ ームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロ イド分散液を製造するように変え得ることが明らかであ る。

実施例1

以下の実施例は、分散液を生成し得る100ガロン(379 ℓ) の容量の高剪断ミキサーを用いる、約40重量%のヒ ュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカ、酸、及 び安定剤の水性コロイド分散液の調製を説明する。

高剪断ミキサーに40ガロン (152 €) の水を最初に仕 込み、約1.35ポンド (0.613kg) の37% HC1溶液 (これ

ا با کید

はミキサーに添加されるヒュームドシリカの重量基準で 約0.27重量%の量である)を水に添加する。約50m²/gの 比表面積を有するヒュームドシリカ約500ポンド (227k g)を、ミキサーが運転している間に、1回に100ポンド (45.4kg) ずつミキサーに徐々に添加して、約60重量% のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水 性コロイド分散液をミキサー中に生成する。この時点 で、47ガロン(178 2)の追加の水を、ミキサーが運転 している間に、ミキサーに徐々に添加して、約41重量% のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水 10 性コロイド分散液を生成する。充分な量の水酸化アンモ ニウム (この場合には、約2.8ガロン (10.6℃) の30% の水酸化アンモニウム溶液である)を、このヒュームド シリカの水性コロイド分散液に添加して、分散液のpHを 約10.4に調節する。水酸化アンモニウムの添加後、得ら れたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は約40重量 %のヒュームドシリカ濃度を有し、必要により濾過され てグリットまたは凝集粒子を除去してもよい。水性コロ イド分散液の濾過は、ヒュームドシリカ濃度を約0.5重 量%未満だけ変化する。濾過もしくは未濾過の、ヒュー 20 ムドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液は、当 業界で一般に知られている方法のいずれかで、貯蔵さ れ、及び/または輸送のために包装されてもよい。 実施例2

以下の実施例は、分散液を生成し得る100ガロン (379 ℓ) の容量の高剪断ミキサーを用いる、約65重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液を調製を説明する。

高剪断ミキサーに、水26ガロン (99**ℓ**) を最初に仕込み、約1.35ポンド (0.613kg) の37% HC1溶液 (これはミキサーに添加されるヒュームドシリカの重量基準で約0.27重量%の量である)を水に添加する。約50m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカ約500ポンド (227kg) *

*を、ミキサーが運転している間に、1回に100ポンド(4 5.4kg) ずつ、ミキサーに徐々に添加して、約70重量% のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水 性コロイド分散液をミキサー中に生成する。この時点 で、4.2ガロン(15.9ℓ)の追加の水を、ミキサーが運 転している間に、ミキサーに徐々に添加して、約66.5重 量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカ の水性コロイド分散液を生成する。充分な量の水酸化ア ンモニウム (この場合には、約2.8ガロン (10.6 €) の3 0%の水酸化アンモニウム溶液である)を、このヒュー ムドシリカ水性コロイド分散液に添加して、分散液のpH を約10.4に調節する。水酸化アンモニウムの添加後、得 られたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は、約65 重量%のヒュームドシリカ濃度を有し、必要により濾過 されてグリットまたは凝集粒子を除去してもよい。水性 コロイド分散液の濾過は、ヒュームドシリカ濃度を約0. 5重量%未満だけ変化する。濾過もしくは未濾過のヒュ ームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液は、 当業界で一般に知られた方法のいずれかにより、貯蔵さ れてもよく、及び/または輸送のために包装されてもよ い。

10

同様の結果が、実施例1及2の操作に従うことにより、かつミキサーに仕込まれる水の初期の量、酸の量、及びミキサーに添加される水の量を変えて45重量%、50重量%、55重量%、及び60重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液を製造することにより、得られた。

多くの改良及び変化が、本発明から逸脱しないで、上記の実施例になし得ることが明らかである。従って、本明細書に記載された本発明の形態は例示であるにすぎず、本発明の範囲を限定することを目的とするものではないことが明らかに理解されるべきである。本発明は、特許請求の範囲に入る全ての改良を含む。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

D 2 1 H 19/38

F I D 0 6 M 13/34

(56)参考文献 特開 昭60-127216 (JP, A) 特開 昭62-270414 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.°, DB名) CO1B 33/00 - 33/193 BO1J 13/00